

03P0381Z



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ Patentschrift
⑯ DE 197 35 271 C2

⑯ Int. Cl. 7:
H 01 F 1/26
H 01 F 41/02

⑯ Aktenzeichen: 197 35 271,5-33
⑯ Anmeldetag: 14. 8. 1997
⑯ Offenlegungstag: 25. 2. 1999
⑯ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 4. 5. 2000

86

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Robert Bosch GmbH, 70469 Stuttgart, DE

⑯ Erfinder:

Aichele, Wilfried, Dr., 71364 Winnenden, DE; Koch,
Hans-Peter, Dr., 70435 Stuttgart, DE

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE-PS	9 66 314
DE-PS	6 67 919
FR	22 58 263
GB	4 56 739
US	53 48 800
US	52 86 308
US	50 28 278
US	48 69 964
US	48 20 338
US	47 31 191
US	43 69 076
US	43 60 377
US	38 56 582
EP	05 74 856 A1

JP 2-197102 (A) in Patents abstracts of Japan
E-992, October 18, 1990, Vol. 14/No. 479;
JP 1-89401 (A) in Patent abstracts of Japan
E-790, July 20, 1989, Vol. 13/No. 321;

⑯ Weichmagnetischer, formbarer Verbundwerkstoff und Verfahren zu dessen Herstellung

⑯ Weichmagnetischer, formbarer Verbundwerkstoff, be-
stehend aus einem weichmagnetische Eigenschaften auf-
weisenden Pulver und einer nichtmagnetischen thermoplas-
tischen Verbindung, wobei die Körner des Pulvers mit
der nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung
beschichtet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die ther-
moplastische Verbindung Polyphthalamid ist.

DE 197 35 271 C2

DE 197 35 271 C2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen weichmagnetischen, formbaren Verbundwerkstoff, der weichmagnetische Eigenschaften aufweisende Pulver enthält, die eine nichtmagnetische Beschichtung aufweisen und Verfahren zu dessen Herstellung nach den unabhängigen Ansprüchen 1, 10 und 16.

Weichmagnetischen Werkstoffe werden zur Herstellung von temperatur-, korrosions- und lösungsmittelbeständigen magnetischen Bauteilen im Elektroniksektor und insbesondere in der Elektromechanik benötigt. Dabei bedürfen diese weichmagnetischen Bauteile gewisser Eigenschaften: sie sollen eine hohe Permeabilität (μ_{\max}), eine hohe magnetische Sättigung (B_s), eine geringe Koerzitivfeldstärke (H_c) und einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand (ρ_{spez}) aufweisen. Die Kombination dieser magnetischen Eigenschaften mit einem hohen spezifischen elektrischen Widerstand ergibt eine hohe Schaltdynamik, das heißt, die magnetische Sättigung und die Entmagnetisierung eines derartigen Bauteiles erfolgen innerhalb kurzer Zeit.

Bislang werden beispielweise Weicheisenbleche zu Lammelnpaketen verklebt, um als Anker von Elektromotoren zu dienen. Die Lagenisolierung wirkt jedoch nur in einer Richtung. Aus dem EP 0 540 504 B1 ist bekannt, weichmagnetische Pulver mit einem Kunststoffbinder aufzubereiten und damit durch ein Spritzgußverfahren entsprechende Bauteile herzustellen.

Um die für das Spritzgießen notwendige Fließfähigkeit zu gewährleisten, sind die Pulveranteile in spritzgießfähigen Verbundwerkstoffen auf maximal 65 Vol.-% begrenzt. Demgegenüber erfolgt beispielsweise bei axialem Verpressen die Verdichtung von rieselfähigen Pulvern nahezu ohne Materialfluss. Die Füllgrade dieser Verbundwerkstoffe liegen typischerweise bei 90–98 Vol.-%. Die durch axiales Verpressen von Pulvern geformten Bauteile zeichnen sich im Vergleich zu spritzgegossenen deshalb durch wesentlich höhere Permeabilitäten und höhere magnetische Feldstärken im Sättigungsbereich aus. Axiales Verpressen von Pulvern aus Reineisen oder Eisen-Nickel mit Duroplastharzen, beispielsweise Epoxiden oder Phenolharzen hat jedoch den Nachteil, daß die bislang verwendeten thermoplastischen und duroplastischen Bindemittel bei erhöhter Temperatur in organischen Lösungsmitteln, beispielsweise Kraftstoffen für Verbrennungsmotoren, löslich sind, beziehungsweise stark aufquellen. Die entsprechenden Verbundbauteile ändern unter diesen Bedingungen ihre Abmessungen, verlieren ihre Festigkeit und versagen gänzlich. Es war bislang nicht möglich, entsprechende Verbundwerkstoffe mit hoher Temperatur- und Medienbeständigkeit, beispielsweise in organischen Lösungsmitteln, insbesondere Kraftstoffen für Verbrennungsmotoren, herzustellen. Ein weiteres Problem stellten bislang diejenigen Einsatzbedingungen dieser Bauteile dar, unter denen sowohl Thermoplaste als auch Duroplaste kein geeignetes Bindemittel mehr darstellen, da sie sich sonst vollständig zersetzen würden.

In dem Artikel von H. P. Baldus und M. Jansen in: "Angewandte Chemie 1997, 109, Seite 338–394", werden moderne Hochleistungskeramiken beschrieben, die aus molekularen Vorläufern durch Pyrolyse gebildet werden und teilweise ebenfalls magnetische Eigenschaften aufweisen. Diese Keramiken sind äußerst temperatur- und lösungsmittelstabil.

Aus US 4,820,338 ist eine Beschichtung eines weichmagnetischen Pulvers mit einem Silan mit einer Alkoxygruppe, einer Alkylgruppe und einer organischen funktionellen Gruppe bekannt, was zu einer stark modifizierten SiO_2 -Struktur auf der Oberfläche der magnetischen Pulverteilchen führt. Der beschriebene Werkstoff ist jedoch immer aus

einem magnetischen Pulver, einem elektrisch isolierenden Binderpolymer wie einem Epoxidharz, Polyamidharz, Polyimidharz, Polyesterharz oder Polycarbonatharz und einem sogenannten "coupling agent" zusammengesetzt, der aus drei verschiedenen organometallischen Verbindungen besteht: einer Titanverbindung der Art R-Ti-X, einem Silan und einer Aluminiumverbindung der Art (RO)-Al-X.

Aus EP 0 574 856 A1 sind Mercaptosilane in Verbindung mit einem Polyphenylsulfidharz und Glasfasern als Zusatzstoff zu magnetischen Werkstoffen und zur Bildung eines magnetischen Harzes bekannt. Weiterhin ist die Beschichtung von Carbonyl-Eisenpulverteilchen als Schutz vor Korrosion mit Hilfe von Silanen, Siloxanen und Kombinationen dieser Verbindungen aus US 4,731,191 bekannt.

- 10 15 20 25 30 35 40 45 50
- Die Benetzung eines magnetischen Pulvers mit einer Bortrialkoxidlösung in einer nichttoxidierenden Gasatmosphäre wird in US 4,369,076 gelehrt. Nach Abzug des Lösungsmittels (Toluol) wird dabei das an der Oberfläche der Pulverteilchen anhaftende Bortrialkoxid durch an der Oberfläche der Pulverteilchen anhaftendes Wasser zu Boroxid hydrolysiert. Es bildet sich somit eine stabile, kompakte, jedoch nicht thermoplastische Boroxidbeschichtung aus, die weitere Oxidation der magnetischen Metallteilchen im Kern zu verhindert.

Silanbeschichtungen auf hartmagnetischen Werkstoffen sind im übrigen auch bereits aus US 4,869,964 bekannt, wobei zur Herstellung einer oxidationsbeständigen Beschichtung neben einem aminohaltigen Silan ein Epoxysilan und ein Epoxidharz eingesetzt wird, die gemeinsam dem magnetischen Pulver zugegeben werden. Dadurch erhält man zunächst einen Verbundwerkstoff mit einem relativ großen Anteil an organischen Bestandteilen und mit einer geringen Temperaturbeständigkeit.

In DE 966 314 wird gelehrt, weichmagnetische Pulverteilchen mit einem Isolierstoff hoher Erweichungstemperatur zu überziehen. Als Isolierstoff eignen sich dazu Substitutionspolymerate der Polyetherreihe. Weiterhin ist auch aus DE 667 919 bereits bekannt, weichmagnetische Eisenteilchen mit einer festhaftenden, isolierenden Hülle zu umgeben. Als Isolierstoff eignen sich besonders härbare Kunstharzfirme und -lacke und warmformbare Stoffe. Das Gewichtsverhältnis zwischen Isolierstoff und Eisen beträgt 1 : 2.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war die Bereitstellung eines formbaren weichmagnetischen Verbundwerkstoffes bestehend aus einem weichmagnetischen Pulver und einer thermoplastischen Verbindung mit einem hohen Anteil des weichmagnetischen Pulvers bei gleichzeitig guter Temperatur- und Lösemittelbeständigkeit sowie Verarbeitbarkeit des hergestellten Formteils.

Durch die Beschichtung von weichmagnetischen Pulverkörnern mit einer nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung wie Polyphthalimid ist es möglich, in vorteilhafter Weise den Anteil des Weichmagnetpulvers im Verbundwerkstoff zu erhöhen, und eine gute Temperatur- und Lösemittelbeständigkeit des daraus hergestellten Formteiles zu erzielen.

Es ist ebenso besonders vorteilhaft, ein weichmagnetische Eigenschaften aufweisendes Pulver mit einer siliziumhaltigen Verbindung zu beschichten, die bei Pyrolyse in eine siliziumhaltige Keramik übergeht, wodurch die Koerzitivfeldstärke erhöht wird und die Temperaturstabilität eines aus diesem Verbundwerkstoff hergestellten Formteils entscheidend erhöht wird.

Beschichten des Weichmagnetpulvers mit Verbindungen des Bors, beziehungsweise des Aluminiums, die bei Pyrolyse in entsprechende Keramiken übergehen ist eine weitere

bevorzugte Möglichkeit, die Lösemittelbeständigkeit und die Temperaturbeständigkeit des weichmagnetischen Verbundwerkstoffes und der daraus hergestellten Formteile zu erhöhen.

In einem vorteilhaften Verfahren zur Herstellung eines weichmagnetischen Verbundwerkstoffes, wird eine thermoplastische Verbindung aus einer Lösung auf die Pulverkörper aufgebracht. Dabei werden die Pulverkörper in die Polymerlösung eingebracht und das Lösungsmittel unter ständiger Bewegung des Pulvers bei erhöhter Temperatur oder im Vakuum abgezogen. Dadurch erhalten die Pulverkörper auf einfache Weise einen dünnen Polymerüberzug ("coating"), so daß komplizierte Verfahrensprozesse entfallen.

Bei einer Beschichtung mit einem Material aus einer Vorläuferkeramik, auch "Precursorkeramik" genannt, welches entweder Silicium, Aluminium oder Bor als Hauptbestandteile enthält, wird die Temperatur nach einer Formgebung des Materials vorteilhafterweise so gewählt, daß sich das Beschichtungsmaterial in ein keramisches, metallisches oder sogar intermetallisches Endprodukt umwandelt, wobei eine hohe Magnetisierung und eine Temperatur- und Lösemittelbeständigkeit erzielt wird.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen aufgeführt.

In besonders bevorzugter Weise werden als Beschichtungsmaterial Siliziumverbindungen ausgewählt, die mindestens eine Siliziumverbindung enthalten, die aus der Gruppe der Chlorverbindungen des Siliziums, der Silizium enthaltenden Carbodiimide, der Silazane oder Polysilazane ausgewählt ist. Damit ist gewährleistet, daß eine breite Verbindungsklasse von molekularen Vorläuferverbindungen des Siliziums eingesetzt werden kann, welche bei Pyrolyse zu verschiedenen Keramiken, sowohl auf Silizium-Sauerstoffbasis, beziehungsweise ebenso auf Silizium-Stickstoff oder Silizium-Stickstoff-Sauerstoff-Basis zur Verfügung gestellt werden können und je nach erwünschtem Anforderungsprofil optimiert sind. Entsprechend den Anwendungen des herzustellenden Bauteiles kann so die entsprechende Keramik, die auch einen Einfluß auf die magnetische Feldstärke und die Schaltzeit der weichmagnetischen Verbindungen hat, gewählt werden. Ebenso ist es dadurch möglich, den Temperaturbereich für die Anwendung entsprechend zu wählen.

In ebenso bevorzugter Weise können zum Beschichten des Weichmagnetpulvers Borverbindungen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Borazol, Pyridin- oder sonstige π -Donor-Boranaddukte, beispielsweise Boran-Phosphan, Boran-Phosphinit, Borsilazane und Polyborazane eingesetzt werden, so daß nach der Thermolyse verschiedene borhaltige Keramiken in einfacher Weise zur Verfügung gestellt werden können.

Ebenso ist es bevorzugt möglich, ein Polyazalan als Aluminiumvorläuferverbindung zu verwenden, welches in Kleinstmengen von 0,2-2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtwaage, eingesetzt werden kann. Damit werden Aluminium-Stickstoff-Keramiken als Beschichtung für das weichmagnetische Pulver erzeugt, wobei der Gewichtsanteil des weichmagnetischen Pulvers besonders hoch ist.

Ausführungsbeispiele

Im folgenden werden nachstehende Abkürzungen verwendet:

PPA: Polyphthalimid

NMP: N-Methylpyrrolidon

1. Kraftstoffbeständige Thermoplaste mit hoher Wärmeformbeständigkeit.

Thermoplaste mit hoher Wärmeformbeständigkeit weisen im Vergleich zu niedrigschmelzenden Thermoplasten einen wesentlich geringeren kalten Fluß auf. Bei Verpressen eines Gemisches aus Magnetpulver mit geringen Anteilen an Thermoplastpulvern entsteht somit nur bei duktilen Thermoplastpulvern eine ausreichende Isolationsschicht um die Magneteilchen. Darüberhinaus sind hochschmelzende Thermoplaste nicht als Pulver mit der notwendigen geringen Korngröße von < 5 Mikrometer im Handel erhältlich. Beide Schwierigkeiten werden durch die Erfindung dadurch umgangen, daß das Magnetpulver vor dem axialen Verpressen mit einer Polymerlösung ummantelt wird. Falls die Löslichkeit des Polymers nur bei höherer Temperatur gegeben ist, muß das Lösen des Polymers und das Beschichten des Magnetpulvers zur Vermeidung einer thermooxidativen Schädigung des Thermoplastmaterials unter Schutzgas stattfinden.

Ausführungsbeispiel 1:

17,5 g eines handelsüblichen Granulates aus unverstärktem PPA (Amold 1000 GR der Firma Amoco) wird grob aufgemahlen und in einem Sigma-Kneter mit 2500 g ABM 100.32 (oberflächenphosphatisiertes Reineisenpulver der Firma Höganäs) trockengemischt. Nach Zusatz von NMP wird so lange Stickstoff durch die Knetkammer geleitet, bis der Sauerstoff verdrängt ist: Anschließend wird der Stickstoffstrom abgestellt und die Kammer auf 200°C (Siedepunkt NMP: 204°C) aufgeheizt. Nach einer Knetdauer von ca. 1 h, welche abhängig von der Größe des Thermoplastmaterials ist, hat sich das PPA in NMP vollständig gelöst. Daraufhin wird das Lösungsmittel durch erneutes Durchleiten von Schutzgas durch die Knetkammer abgezogen und in einem Kühler wieder kondensiert, der Kneter abgekühlt und das mit PPA beschichtete Magnetpulver entnommen. Letzte Lösungsmittelreste lassen sich durch Vakuumtrocknen entfernen.

An das kalte Verpressen des geoateten Magnetpulvers schließt sich eine Wärmebehandlung des Preßlings unter Schutzgas über den Schmelzpunkt des Polymers hinaus (PPA, 320°C) an. Die erhaltenen Proben weisen eine Festigkeit von ca. 80 N/mm² und einen spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens 400 μ Ohm · m auf. Eine bessere Entformbarkeit der verpreßten Bauteile aus der Formpresse erreicht man durch eine Oberflächenbehandlung des beschichteten Pulvers mit einem Gleitmittel. Das Gleitmittel wird in einen wesentlich geringeren Anteil als die Thermoplastbeschichtung zugegeben, um die Dichte der verpreßten Teile möglichst wenig zu verringern und es sollte, derart flüchtig sein, daß es sich vor dem Aufschmelzen des Polymers bei der anschließenden Wärmebehandlung verflüchtigt und mit dem Polymer nicht chemisch reagiert. Beispiele für geeignete Gleitmittel sind beispielsweise Stanzöle, wie sie beim Stanzen von Blechen eingesetzt werden, oder Rapsöl-methylester und Stearinäureamid in Zusätzen von etwa 0,2% bezogen auf das Gewicht des Magnetpulvers.

2. Verpressen von trockenen Gemischen aus Magnetpulver und anorganischen Pulvern

Die zum Beschichten der weichmagnetischen Pulver eingesetzten anorganischen, beziehungsweise silizium-, bor und aluminiumorganischen Verbindungen mit vorwiegend polymeren Charakter weisen gute Gleit-, beziehungsweise Schmiereigenschaften auf. Nach der Aushärtung stellen sie

somit ein duroplastisches Bindemittel dar, welches durch anschließende thermische Zersetzung (Pyrolyse) in eine Keramik oder in Legierungszusätze für Eisenmetalle umgewandelt wird. In Verbindung mit oxidationsempfindlichen magnetischen Materialien, wie beispielsweise Reineisen oder Reinnickel, erfolgt die Pyrolyse unter Schutzgas. Um Verbundkörper mit geringem Porenanteil zu erhalten, muß der bei der Pyrolyse auftretende Volumenschwund gering sein, was durch die eingesetzten Verbindungen gewährleistet ist. Ein Beispiel stellen Silizium-Wasserstoffverbindungen (Siliziumhydride) dar. Siliziumhydride mit mehreren Si-Atomen sind schmelzbar und dienen somit zugleich als Gleitmittel für die beschichteten magnetischen Pulver. Sie zerfallen bei höheren Temperaturen je nach eingesetztem Hydrid in Si und H₂. Bei weiterer Temperaturerhöhung legiert das Si in einer Oberflächenschicht, beispielsweise mit Reineisenpulver. Die Fe-Si-Legierungsschicht weist einen höheren elektrischen Widerstand und einen niedrigen Schmelzpunkt auf als Reineisen. Die mit Fe-Si beschichteten Eisenpulverteilchen sintern zu Verbundkörpern mit einem im Vergleich zu Reineisen höheren elektrischen Widerstand zusammen. Eine Alternative dazu ist die Abscheidung von Reinstsilizium auf Eisenpulverteilchen durch thermische Zersetzung von SiH₄. Das Verfahren ist bei der Halbleiterfertigung zum Aufbau von Siliziumschichten und beim Vergüten von Gläsern üblich. Niedermolekulare Siliziumhydride sind selbstentzündlich, so daß alle Verfahrensschritte unter Schutzgas erfolgen.

Eine erfundsgemäße Siliciumcarbidkeramik wird beispielsweise durch Pyrolyse von Polydialkylsilanen hergestellt. In Verbindung mit Pulvern aus der Reihe der Eisenmetalle führt die Abspaltung von kohlenstoffhaltigen Verbindungen bei der Pyrolyse zu Aufkohlen. Durch Glühbehandlungen in wasserstoffhaltiger Atmosphäre wird anschließend dem Metall der Kohlenstoffanteil wieder entzogen.

Vorläuferverbindungen für BN-Keramiken als Beschichtungsmaterial werden unter Ammoniakatmosphäre pyrolysiert. (R. C. P. Cubbon, RAPRA Review Report Nr. 76, Polymeric Precursors for Ceramic Materials, Vol. 7, No. 4, 1994). Als besonders geeignet für weichmagnetische Verbundwerkstoffe mit einer keramischen Beschichtung erwies sich Borazol (B₃N₃H₆), welches unter verminderter Druck bereits bei 90°C H₂ abspaltet und in ein zu Polyphenylen analoges Polymer übergeht. Bei höheren Temperaturen schreitet die Abspaltung von H₂ fort, bis bei ca. 750°C die Stufe der hexagonalen Modifikation von BN erreicht ist. In diesem besonderen Falle erfolgt die Pyrolyse lediglich unter Schutzgas, beispielsweise Argon oder Stickstoff, und nicht in Ammoniakatmosphäre. Der dabei auftretende geringe Gewichtsverlust von 5,1% hat eine geringe Schwindung und damit ein geringes Porenvolumen im Verbund aus BN und dem Magnetpulver zur Folge.

Als geeigneter Ausgangsstoff für die Beschichtung von Magnetpulvern mit einer Aluminiumnitrid-Keramik erwiesen sich Polyazalane. Diese wurden durch thermische Kondensation von Diisobutylaluminumhydrid mit ungesättigten Nitriilen synthetisiert, was zu aushärtbarem flüssigen Polyazalanen führt. Damit wurden die magnetischen Pulver beschichtet. Die Polyazalane dienen dabei gleichzeitig als duroplastisches Gleit und Bindemittel, welches nach sich anschließender Pyrolyse bei 200°C zu einem nichtschmelzenden Feststoff vernetzt und in nächsten Verfahrensschritt vollständig unter inerter Atmosphäre zu AlN pyrolysiert.

Als geeigneter Ausgangsstoff für die Beschichtung von Magnetpulvern mit einer Siliziumnitrid-Keramik erwiesen sich Carbosilane und Polysilazane. Siliziumnitrid Si₃N₄ entsteht dabei durch Pyrolyse dieser Verbindungen in Ammoni-

atmosphäre. Die Pyrolyse unter Schutzgas erbrachte eine Beschichtung mit Siliziumcarbonitriden der Formel Si_xN_yC_z.

Gläser, Emails und Lasuren stellen Kombinationen von Metall- und Nichtmetalloxiden unterschiedlicher Zusammensetzung dar. Ein Ausführungsbeispiel zur Herstellung von glasartigen Beschichtungen von weichmagnetischen Pulvern ist die Verwendung von Silanen mit mehreren Silanolgruppen, die bei Zugabe von Wasser unter Abspaltung von Alkohol Polymere bilden. Das von der Fa. Hüls hergestellte Produkt NH 2100 ist ein noch nicht vollständig vernetztes, lösliches und schmelzbares Polykondensat des Trimethoxymethylsilan (CH₃Si(OCH₃)₃)_x und stellt ein ausgezeichnetes Vorläufermaterial für eine glasartige Beschichtung magnetischer Pulver dar. NH 2100 läßt sich unter Abspaltung von Wasser und Alkohol weiter kondensieren und geht bei einer anschließenden Pyrolyse mit einer keramischen Ausbeute von ca. 90 Gew.-% in ein Glas der Zusammensetzung SiO_xC_y (x = 1,9–2,1, y = 0,6–3,0) über.

Ausführungsbeispiel 2:

99,9 Gew.-% Weicheisenpulver ABM 100,32 (oberflächenphosphatiert, Fa. Höganäs) werden mit 0,6 Gew.-% NH 2100 geocoatet, welches in einer Lösung in Aceton erfolgt. Bei Raumtemperatur wird diese Mischung unter 6 to/cm² zu Probestäben verpreßt und das Harz bei 220°C vernetzt. Die derart hergestellte Probe weist eine Festigkeit von 26 N/mm² und einen spezifischen elektrischen Widerstand von 20000 µOhm auf. Das Polymer wird anschließend bei 700°C unter Schutzgas pyrolysiert und geht in ein kohlenstoffhaltiges Glas SiO_xC_y über. Zusätzlich bilden sich erste Sinterhälse zwischen den Eisenteilchen. Dadurch sinkt der elektrische Widerstand auf 5 µΩm (Reineisen weist 0,1 µΩm auf), während die Biegefestigkeit auf 80 N/mm² ansteigt. Bei weiterer Temperaturerhöhung nehmen die Eisen-Eisen-Sinterbrücken und die Festigkeit zu, während der spezifische elektrische Widerstand weiter abnimmt.

Durch Zusatz weiterer Verbindungen, welche sich in glassbildende Oxide überführen lassen, entstehen die entsprechenden Gläser oder Emails. Ihre Zusammensetzung wird im Hinblick auf eine gute Haftung am Magnetpulver ausgewählt. So dient ein Zusatz von Aluminiumstearat sowohl als Gleitmittel zur Entformung aus dem Preßwerkzeug als auch nach seiner thermischen Zersetzung zu Al₂O₃ als Glasbildner.

Ausführungsbeispiel 3:

946,5 g phosphatiertes Eisenpulver (AB 100,32, Fa. Höganäs) wird im Kneter mit einer Lösung von 2,4 g Methylpolysiloxan-Präpolymer (NH 2100, Chemiewerk Nünchritz) in Aceton benetzt. Nach Zugabe einer Lösung von 46,3 g Natrium-Trimethylsilanolat in Aceton bildet sich ein Gelmantel um die Eisenpartikel. Nach dem Verdampfen des Acetons im Kneter wird 5 g Aluminiumtristearat zugesetzt und dieses unter Kneten bei 140°C aufgeschmolzen. Das Aluminiumtristearat wirkt beim anschließenden axialen Verpressen des Verbundwerkstoffes als Gleit- und Formtrennmittel. Beim Erhitzen der Preßlinge unter Schutzgas auf 200°C härtet das Methylpolysiloxan-Präpolymer zunächst aus. Bei weiterer Temperaturerhöhung auf 800°C pyrolysierten alle eingesetzten Produkte und schmelzen zu ca. 40 g eines Glases mit der ungefähren Zusammensetzung 27 g SiO₂, 12,8 g Na₂O und 0,3 g Al₂O₃ auf.

Patentansprüche

1. Weichmagnetischer, formbarer Verbundwerkstoff,

bestehend aus einem weichmagnetische Eigenschaften aufweisenden Pulver und einer nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung, wobei die Körner des Pulvers mit der nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung beschichtet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung Polyphthalimid ist.

2. Verbundwerkstoff nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung gegenüber organischen aliphatischen Lösungsmitteln beständig ist und eine Temperaturbeständigkeit bis 300°C aufweist.

3. Verbundwerkstoff nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der thermoplastischen Verbindung 0,2 bis 1 Gew.-%, vorzugsweise 0,3 bis 15 0,8 Gew.-%, bezogen auf die Gesamteinwaage beträgt.

4. Verfahren zur Herstellung eines Verbundwerkstoffes nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver zunächst mit dem Polyphthalimid unter Zugabe eines Lösungsmittels ummantelt 20 wird, und daß das Lösungsmittel danach abgezogen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel N-Methylpyrrolidon ist.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Zugeben und das Abziehen des Lösungsmittels unter Schutzgas oder Stickstoff erfolgt.

7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Ummanteln des Pulvers durch Kneten bei einer Temperatur unterhalb des Siedepunktes des Lösungsmittels erfolgt.

8. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das beschichtete Pulver verpreßt wird, und sich daran eine Wärmebehandlung des Preßlings unter Schutzgas oder Stickstoff oberhalb des Schmelzpunktes des Polyphthalamids anschließt.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß dem mit dem Polyphthalimid ummantelten Pulver vor der Wärmebehandlung in geringer Menge ein Gleitmittel zugegeben wird.

10. Weichmagnetischer, formbarer Verbundwerkstoff, bestehend aus einem weichmagnetische Eigenschaften aufweisenden Pulver und einer nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung, wobei die Körner des Pulvers mit der nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung beschichtet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung mindestens eine Siliziumverbindung enthält, ausgewählt aus der Gruppe: Chlorverbindungen der Siliziums, Silizium enthaltende Carbodiimide, Silazane und Polysilazane.

11. Verbundwerkstoff nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Siliziumverbindung 0,2 bis 6 Gew.-%, insbesondere 0,3 bis 5 Gew.-%, bezogen auf die Gesamteinwaage beträgt.

12. Verbundwerkstoff nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich mindestens eine organometallische oder organische Aluminiumverbindung enthalten ist.

13. Verbundwerkstoff nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Aluminiumverbindung 0,2 bis 2 Gew.-%, insbesondere 0,2 bis 0,9 Gew.-%, bezogen auf die Gesamteinwaage, beträgt.

14. Verbundwerkstoff nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung ein Polyazalan ist.

15. Verbundwerkstoff nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des Polyazalans 0,2 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamteinwaage, beträgt.

16. Weichmagnetischer, formbarer Verbundwerkstoff, bestehend aus einem weichmagnetische Eigenschaften aufweisenden Pulver und einer nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung, wobei die Körner des Pulvers mit der nichtmagnetischen thermoplastischen Verbindung beschichtet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung eine Borverbindung, ausgewählt aus der Gruppe Borazol, π -Donor-Boranaddukt, Borsilazan oder Borpolysilazan ist.

17. Verbundwerkstoff nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Borverbindung 0,2 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamteinwaage, beträgt.

18. Verfahren zur Herstellung eines weichmagnetischen Verbundwerkstoffes nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die thermoplastische Verbindung aus einer Lösung auf die Pulverkörner aufgebracht wird.

19. Verfahren nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der beschichtete Verbundwerkstoff kalt formgepreßt wird.

20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß der Formpreßling thermisch behandelt wird.

21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur über dem Schmelzpunkt der thermoplastischen Verbindung liegt.

22. Verfahren zur Herstellung eines weichmagnetischen Verbundwerkstoffes nach mindestens einem der Ansprüche 10 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß nach einem Formpreßschritt der Formpreßling einer thermischen Behandlung unterworfen wird.

23. Verfahren nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur nach dem Formpreßschritt so gewählt wird, daß sich das Beschichtungsmaterial in ein keramisches oder metallisches oder intermetallisches Endprodukt umwandelt.

24. Verfahren zur Herstellung eines weichmagnetischen Verbundwerkstoffes nach mindestens einem der Ansprüche 12 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Verbundwerkstoff vor der thermischen Behandlung einer ersten thermischen Behandlung unterworfen wird.

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der ersten thermischen Behandlung 100 bis 200°C, insbesondere 120 bis 180°C beträgt.